



DISEÑO DE UN REACTOR FOTOCATALÍTICO (UV-A) PARA EL ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN QUÍMICA DE 1,2- DIHIDROXIBENCENO E INACTIVACIÓN DE E. COLI EN AGUAS SIMULADAS

DESIGN OF A PHOTOCATALYTIC REACTOR (UV-A) FOR THE STUDY OF THE CHEMICAL DEGRADATION OF 1,2- DIHYDROXYBENZENE AND INACTIVATION OF E. COLI IN SIMULATED WATER

¹David Arturo López Niño, ²Jairo Luis Gutiérrez Torres
³Marcela Andrea Zambrano

^{1,2,3}Universidad Nacional Abierta y a Distancia —UNAD—

Recibido: 10/15/2021 Aprobado 11/20/2021

RESUMEN

Para la desinfección del agua, se han aplicado métodos convencionales con algunas desventajas hacia la formación de productos de desinfección potencialmente peligrosos. Los procesos avanzados de oxidación como la fotocatalisis, es menos costosa, al utilizar lámparas fluorescentes de luz ultravioleta. Las reacciones de oxidación intensa y mineralización de los contaminantes pueden incrementarse en presencia de oxígeno molecular o H₂O₂, resultando un proceso altamente eficiente por la formación de especies reactivas de oxígeno, que conduce a una degradación eficiente de contaminantes en medio acuoso para formar compuestos o residuos con baja toxicidad. La remediación fotocatalítica de 1,2- dihidroxibenceno y la inactivación de *E. coli* en aguas simuladas, se realizó tras la construcción de un reactor fotocatalítico con fuente de luz UV de 10W a 365 nm basado en el diodo emisor de luz LED – UV energéticamente eficiente por la incidencia lumínica directa y la disminución de la recombinación electrón-hueco que aumenta la eficiencia fotónica. Para realizar el proceso de degradación de 1,2-dihidroxibenceno, se aplicó un diseño factorial 3^k de tres niveles para la concentración de catalizador (TiO₂), nivel de pH y concentración del H₂O₂, mostrando resultados favorables para pH ácido y baja cantidad de catalizador. Para evaluar inactivación de *E. coli*, se estudió la curva de crecimiento bacteriano de la cepa ATCC

Citación: López Niño, D. A. ., Gutiérrez Torres, J. L. ., & Zambrano, M. A. . Diseño de un reactor fotocatalítico (uv-a) para el estudio de la degradación química de 1,2- dihidroxibenceno e inactivación de e. Coli en aguas simuladas. Publicaciones E Investigación.

¹Química. darloni52@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6037-1407>

²Ingeniería Electrónica. jairol.gutierrez@unad.edu.co, <https://orcid.org/0000-0002-3369-2803>

³Química. marcela.zambrano@unad.edu.co, <https://orcid.org/0000-0001-5566-4582>

<https://doi.org/10.22490/25394088.5611>

25922 en medio de cultivo Nutritivo, utilizando la técnica de UV-vis. Se realizó barrido espectral desde 200 hasta 800nm, obteniendo la máxima absorción a 300nm y una fase de crecimiento exponencial de 4 a 5 horas a 37° C y pH 7.0.

Palabras clave: agente oxidante, catalizador, reactor, UV.

ABSTRACT

For water disinfection, conventional methods have been applied with some drawbacks towards the formation of potentially dangerous disinfection products. Advanced oxidation processes such as photocatalysis are less expensive, using fluorescent ultraviolet light lamps. The intense oxidation and mineralization reactions of contaminants can be increased in the presence of molecular oxygen or H₂O₂, resulting in a highly efficient process due to the formation of reactive oxygen species, which leads to an efficient degradation of contaminants in an aqueous medium to form compounds or residues with low toxicity. The photocatalytic remediation of 1,2-dihydroxybenzene and the inactivation of E. coli in simulated waters was carried out after the construction of a photocatalytic reactor with a 10W UV light source at 365 nm based on the LED light emitting diode - UV energetically. efficient due to direct light incidence and the reduction of electron-hole recombination that increases photonic efficiency. To carry out the degradation process of 1,2-dihydroxybenzene, a three-level 3k factorial design was applied for the catalyst concentration (TiO₂), pH level and H₂O₂ concentration, showing favorable results for acid pH and low amount of catalyst. . To evaluate the inactivation of E. coli, the bacterial growth curve of the ATCC 25922 strain was studied in Nutrient culture medium, using the UV-vis technique. Spectral scanning was performed from 200 to 800nm, obtaining the maximum absorption at 300nm and an exponential growth phase of 4 to 5 hours at 37°C and pH 7.0.

Keywords: oxidizing agent, catalyst, reactor, UV.



1. MATERIALES Y MÉTODOS

El desarrollo metodológico se realizó en 3 etapas, en las cuales se traza una ruta para el diseño del reactor y su aplicación en la degradación química de 1,2-dihidroxibenceno e inactivación microbiana *E. coli*, a través de especies reactivas de oxígeno provenientes de la inyección de oxígeno molecular y peróxido de hidrógeno (H₂O₂), producidas por la activación de TiO₂ como catalizador, con radiación de luz LED UV.

1.1 Etapa 1. Diseño del reactor fotocatalítico.

El reactor fotocatalítico a escala a de laboratorio, se construyó con base a lo reportado por Gómez (2012), en el cual se empleó una lámina de MDF para la construcción de la estructura de 30x40x30 cm dispuesta para el acople de un sistema de agitación magnética

con una puerta en la parte frontal y un interruptor que permite el encendido automático de la lámpara cuando el sistema se ponga en funcionamiento.

Para el sistema de radiación, se empleó una lámpara LED-UV de 10W con emisión a una longitud de onda de 365 nm, controlada a través de algoritmos montados sobre un sistema embebido basado en el microcontrolador Atmega 328p para obtener funcionalidades de temporización y alarma, control de radiación y monitoreo de datos vía display LCD. El sistema LED-UV se ubicó en la parte superior del reactor por la recombinación de electrón-huevo, aumentando la eficiencia fotónica, con luz direccional con la máxima potencia emitida en la dirección perpendicular a la superficie

emisora (Taniyasu, Kasu, & Makimoto, 2006; Chen, Ku, & Wu, 2007). El diseño de ingeniería del proyecto se desarrolló con un software del sistema de control que automatiza algunas funciones del reactor bajo un lenguaje de programación C++ sobre un microcontrolador Atmega 328P.

1.2 Etapa 2. Degradación química del 1,2- dihidroxibenceno

Se trabajó con base en modificaciones de los métodos reportados por Kermani *et al.* (2018), Gogoi *et al.* (2017) y Gómez (2012), al preparar una solución de 50 mg/L de 1,2-dihidroxibenceno, con un diseño experimental 3^k con tres factores y tres niveles para analizar el comportamiento de la concentración del catalizador (TiO₂), pH y agente oxidante (H₂O₂), para el caso de oxígeno molecular como agente oxidante, se empleó un diseño experimental 2^k con tres niveles en función a los valores de referencia de pH y TiO₂. Las reacciones se llevaron a cabo en 180 min con una agitación magnética a 500 rpm; para el ajuste de pH se emplearon soluciones de 1,0 M de ácido sulfúrico (H₂SO₄) e hidróxido de sodio (NaOH), según corresponda. Los ensayos del proceso de degradación se realizaron por duplicado para garantizar la repetitividad y reproducibilidad de los datos.

La determinación degradativa del sustrato se analizó en un espectrofotométrico UV-vis para conocer la concentración final, a partir de la preparación de una curva de calibración de 25 a 200 ppm a una longitud de onda de 285 nm; la lectura de cada ensayo se realizó posterior a un proceso de centrifugado y filtración con membrana de 0,45 μ m.

1.3 Etapa 3. Inactivación y cuantificación de *E.coli*

Se estudió la curva de crecimiento bacteriano de la cepa ATCC 25922 de *Escherichia coli* en medio de cultivo nutritivo y cultivada bajo condiciones controladas en laboratorio, utilizando la técnica de espectrofotometría de absorción molecular – ultravioleta (Chen *et al.*, 2011).

En la inactivación y cuantificación microbiana, se tomó una única colonia de *E. coli* del cultivo stock de cepa ATCC 25922, en medio de cultivo nutritivo

y cultivada bajo condiciones controladas en el laboratorio, utilizando la técnica de espectrofotometría de absorción molecular – ultravioleta. Se realizó un barrido espectral desde 200nm hasta 800nm, teniendo en cuenta los componentes del cultivo, así como la determinación de diferentes fases de la curva de crecimiento de la cepa de trabajo *E. coli* (Helali *et al.*, 2014). De la suspensión del cultivo se obtiene la biomasa bacteriana en condiciones controladas de temperatura y pH para luego ser conservada en viales de 10 mL utilizando glicerol para su conservación a -20°C. Como cepa de trabajo, a partir de la anterior suspensión se realizan activaciones de la cepa en caldo nutritivo a 37°C durante 6 horas, tiempo en el que previamente se identificó mediante el estudio de la curva de crecimiento de la cepa, el tiempo óptimo para su crecimiento en fase exponencial, fase donde se obtuvo la tasa de crecimiento óptimo del microorganismo. Se realiza un estudio de la tasa de crecimiento bacteriano para determinar y cuantificar los inóculos a ser utilizados con densidades de 107 a 109 UFC/mL. Para esto, se realiza la curva de crecimiento: absorbancia vs. tiempo de crecimiento y absorbancia vs. densidad bacteriana (UFC/mL), realizada mediante técnica de conteo en placa (Grieken *et al.*, 2010).

2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

2.1 Etapa 1. Diseño del reactor fotocatalítico

Con el diseño del reactor, se logró ajustar el porcentaje de potencia de consumo y por consiguiente el nivel de intensidad de radiación UV. Con la programación de los registros de control del timer1 del microcontrolador a través del pin 10, se moduló el ancho de pulso PWM que controla el *duty cycle* de una señal cuadrada integrada a una carga de control de la tensión RMS DC de alimentación de esta. También, se ajustó la intensidad de agitación en rpm, por medio de la programación de registros de control del timer1 del microcontrolador para que así en el pin 9 se modulará el ancho de pulso PWM que controla el *duty cycle* de una señal cuadrada que, integrada al motor controla el voltaje de alimentación

y las rpm. El control del temporizador con la inclusión de un algoritmo logró decrementar variables de tipo *integer* con cantidades registradas en segundos que se despliegan en un display líquido. Con la librería wire y la librería de comunicación I²C con un convertidor I²C conectado al display LCD de 16x2 cm, se logró obtener en tiempo real del estado de tiempo restante de reacción al poner en funcionamiento el reactor (Ramírez, 2013).

Las cargas de UV de la lámpara es de tipo Light Emmiting Diode el cual se polarizó en directo para emitir radiación electrométrica con longitud de onda de 365nm, para alimentarla con 12V al contar con una

etapa de potencia con tecnología MOSFET canal N para el control de carga.

Al incorporar un motor DC para realizar el sistema de agitación magnética controlada con un imán de neodimio, se logró conectar eléctricamente a un MOSFET de potencia.

2.2 Etapa 2. Degradación química del 1,2- dihidroxibenceno

Al barrido de absorción de longitud de onda máxima (ver Figura 1), de una muestra de 50 ppm de 1,2-dihidroxibenceno, se realizó una curva de calibración por análisis en un espectrofotómetro UV-vis.

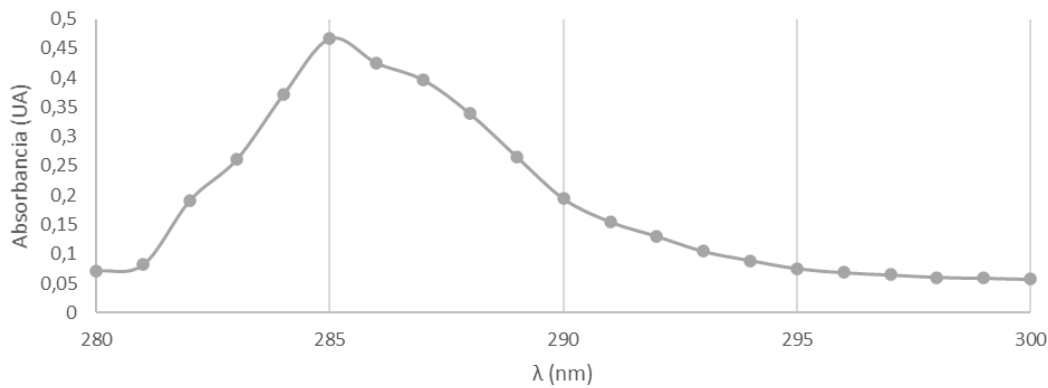


Figura 1. Barrido longitud de onda de 280 a 300 nm para [50 ppm] de 1,2- dihidroxibenceno.

Con el barrido de longitud de onda en el espectro de 280 a 300 nm de 1,2- dihidroxibenceno a una concentración de 50 ppm, se determinó una máxima

absorción a 285 nm, valor con el cual se realizó la curva de calibración a una concentración de 25 a 200 nm (ver Figura 2).

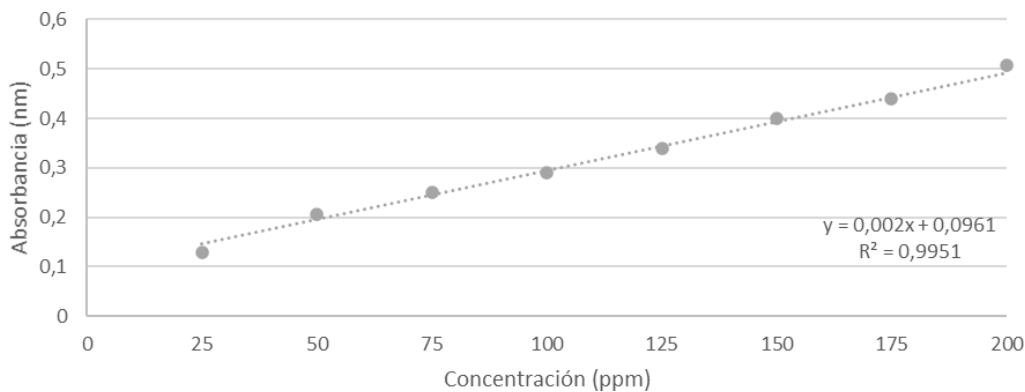


Figura 2. Curva de calibración del 1,2- dihidroxibenceno.

El coeficiente de correlación R^2 de 0,9951 de la curva de calibración, permitió comprobar una alta relación de los valores de absorbancia en las diferentes concentraciones, en la que, el 99% de la variable de respuesta de los datos responden al modelo de regresión lineal.

La degradación fotocatalítica empleando H_2O_2 como agente oxidante con un diseño experimental 3^k

permitió identificar la baja eficiencia de la degradación a pH neutro y básico. Los niveles estudiados para cada factor fueron: (A) concentración de TiO_2 (100, 500 y 800 ppm), (B) pH (3, 7 y 10) y (C) H_2O_2 (200, 400 y 600 ppm).

Los resultados obtenidos sin las réplicas se registran en la Tabla 1, con valores porcentuales de degradación de 1,2-dihidroxibenceno.

TABLA 1.

Inserte el título de las tablas en la parte superior

	TiO ₂ ppm (A)								
	100			500			800		
	pH (B)								
[H ₂ O ₂] _{ppm} (C)	3	7	10	3	7	10	3	7	10
200		1%	0%		0%	0%		0%	0%
400		0%	0%		0%	0%		0%	0%
600	38%	0%	0%		36%	0%	73%	0%	0%

La máxima concentración del H_2O_2 a niveles de pH ácido y las variaciones de catalizador, mostraron resultados de degradación eficientes, particularmente para la mayor concentración de catalizador a 800 ppm, a un pH de 3 y 600 ppm de agente oxidante. Los ensayos correspondientes a pH 3 para cambios de concentración H_2O_2 y catalizador, se encuentran en planeación para su desarrollo.

Para el caso de la degradación fotocatalítica empleando oxígeno molecular como agente oxidante, se aplicó un diseño experimental 2^k , cuyos niveles estudiados para cada factor fueron:

(A) concentración de TiO_2 (100, 500 y 800 ppm), y (B) pH (3, 7 y 10), para un total de 8 ensayos sin

réplicas, cuyos resultados no fueron favorables, al obtener 0% de degradación de 1,2-dihidroxibenceno, confirmando así la nula acción de oxígeno molecular como agente oxidante proveniente del burbujeo constante del sustento en un tiempo de 180 min.

2.3 Etapa 3. Inactivación y cuantificación de E.coli

En la activación de la cepa en el caldo nutritivo a 37°C durante 6 horas, el tiempo óptimo de la curva de crecimiento de la cepa para su crecimiento en fase exponencial, fase donde se obtiene la tasa de crecimiento óptimo del microorganismo, mostró una absorbancia máxima en 300 nm (ver Figura 3).

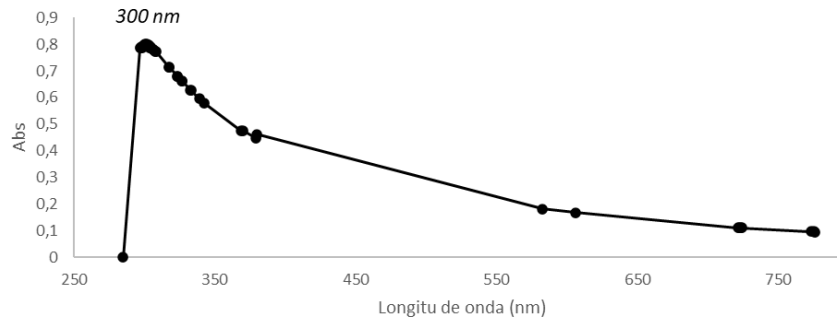


Figura 3. Barrido espectral de la cepa de *E. coli*.

La tasa de crecimiento bacteriana para determinar y cuantificar los inóculos a ciertas densidades se realizó con la curva de crecimiento de la cepa ATCC 25922 de *E. coli*, la cual permitió realizar la determinación de las fases de crecimiento y la estandarización de las

condiciones óptimas para obtención de biomasa y crecimiento bacteriano reproducibles. En la Figura 4, se evidencia un incremento en la tasa bacteriana de *E. coli* hasta las 7 horas de activación, donde su crecimiento se estabiliza por tres horas más.

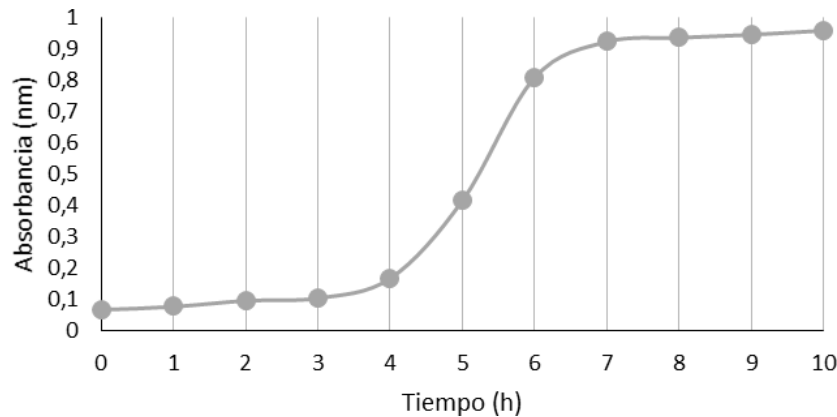


Figura 4. Curva de crecimiento bacteriano de *E. coli* ATCC25922.

3. CONCLUSIONES

Realizar un barrido para validar la máxima absorción de longitud de onda del contaminante 1,2-dihidroxibenceno, permitió realizar una curva de calibración con un coeficiente de correlación óptimo para la cuantificación de concentración final del contaminante con variación de niveles y factores experimentales de concentración de catalizador, agente oxidante y nivel de pH.

El estudio de la curva de crecimiento bacteriano de la cepa ATCC 25922 de *E. coli* permitió realizar

determinación de las fases de crecimiento de la cepa de trabajo y la estandarización de las condiciones óptimas para obtener una tasa de crecimiento bacteriano reproducibles en condiciones a utilizar en el reactor. El diseño del reactor se optimizó al programar registros de temperatura, tiempo, revoluciones y la sistematización de la estructura interna y externa. Se confirma la degradación química del 1,2-dihidroxibenceno con la acción del agente oxidante H_2O_2 , que permiten la aplicación de métodos de oxidación avanzada para la remediación de aguas simuladas a escala de laboratorio.

AGRADECIMIENTO

Agradecimientos de los autores a la Universidad Nacional Abierta y a Distancia — UNAD— de Colombia, por apoyar iniciativas que aportan al desarrollo e innovación tecnológica.

REFERENCIAS

- Chen, H. W., Ku, Y. & Wu, C. Y. J. (2007). Effect of LED optical characteristics on temporal behavior of *o*-cresol decomposition by UV/TiO₂ process. *Chem. Technol., Biotechnol.*, 82, 626–635 <https://doi.org/10.1002/jctb.1718>
- Chen, Y., Lu, A., Li, Y., Yin, Ho., An, T., Li, G., Jin, P. & Wong, P. (2011). Photocatalytic inactivation of *Escherichia coli* by natural sphalerite suspension: Effect of spectrum, wavelength and intensity of visible light. *Chemosphere*, 84(9), 1276–1281. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2011.05.055>
- Gogoi, A., Navire, M., Sarma, K. & Gogoi, P. (2017). Fe₃O₄-CeO₂ metal oxide nanocomposite as a Fenton-like heterogeneous catalyst for degradation of catechol. *Chem Eng J.* 311, 153–162. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.11.086>
- Gómez, S. (2012). *Degradación de la orto y meta nitroanilina por procesos de fotocatalisis heterogénea*. (Tesis trabajo de grado). Universidad del Quindío. Armenia.
- Grieken, V. T., Marugán, J., Pablos, C., Furones, L. & López, A. (2010). Comparison between the photocatalytic inactivation of Gram-positive *E. faecalis* and Gram-negative *E. coli* fecal contamination indicator microorganisms. *Appl Catal B-Environ.* 100, 212–220. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2010.07.034>
- Helali, S., Polo-López, M. I., Fernández-Ibáñez, P., Ohtani, B., Amano, F., Malato, S. & Guillard, C. (2014). Solar photocatalysis: A green technology for *E. coli* contaminated water disinfection. Effect of concentration and different types of suspended catalyst. *JPPA*, 276, 31–40. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2013.11.011>
- Kermani, M., Kakavandi, B., Farzadkia, M., Esrafil, A., Jokandan, S., & Shahsavani, A. (2018). Catalytic ozonation of high concentrations of catechol over TiO₂@Fe₃O₄ magnetic core-shell nanocatalyst: Optimization, toxicity and degradation pathway studies. *J. Clean Prod.* 92, 97–607. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.274>
- Ramírez, Y. (2013). *Diseño, construcción y puesta en marcha de un reactor tubular fotocatalítico (UV-A) para la degradación de desechos químicos orgánicos*. (Tesis de grado). Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira.
- Taniyasu, Y., Kasu, M. & Makimoto, T. (2006). An aluminium nitride light-emitting diode with a wavelength of 210 nanometres. *Nature*, 441, 325–328. <https://doi.org/10.1038/nature04760>